



中华人民共和国国家标准

GB/T 17418.5—2010
代替 GB/T 17418.5—1998

地球化学样品中贵金属分析方法 第 5 部分：钌量和锇量的测定 蒸馏分离-催化分光光度法

Methods for analysis of noble metals in geochemical samples—
Part 5: Determination of ruthenium and osmium content—
Separation by distillation-catalytic spectrophotometric method

2010-11-10 发布

2011-02-01 实施

中华人民共和国国家质量监督检验检疫总局
中国国家标准化管理委员会 发布

前 言

GB/T 17418《地球化学样品中贵金属分析方法》分为七个部分：

- 第1部分：总则及一般规定；
- 第2部分：铂量和铑量的测定 硫脲富集-催化极谱法；
- 第3部分：钯量的测定 硫脲富集-石墨炉原子吸收分光光度法；
- 第4部分：铱量的测定 硫脲富集-催化分光光度法；
- 第5部分：钌量和锇量的测定 蒸馏分离-催化分光光度法；
- 第6部分：铂量、钯量和金量的测定 火试金富集-发射光谱法；
- 第7部分：铂族元素的测定 镍铈试金-电感耦合等离子体质谱法。

本部分为 GB/T 17418 的第 5 部分。

本部分代替 GB/T 17418.5-1998《地球化学样品中贵金属分析方法 蒸馏分离-催化分光光度法测定钌量和锇量》。

本部分与 GB/T 17418.5-1998 相比，主要变化如下：

- 增加了警告；
- 明确了以质量分数表示测定范围；
- 仪器中增加了天平；
- 规范了标准中的名词；
 - 将“标准试样”改为“标准物质”；
- 修改补充了结果计算的内容；
- 修改简化了试料量表、试液分取量表的内容；
- 改变了部分试剂顺序和硫化物烘样条件。

本部分由中华人民共和国国土资源部提出。

本部分由全国国土资源标准化技术委员会归口。

本部分负责起草单位：国家地质实验测试中心。

本部分起草单位：浙江省地质矿产研究所。

本部分主要起草人：郑存江、胡勇平、刘清辉。

本部分所代替标准的历次版本发布情况为：

- GB/T 17418.5-1998。

地球化学样品中贵金属分析方法

第5部分:钨量和钽量的测定

蒸馏分离-催化分光光度法

警告——使用本部分的人员应有正规实验室工作的实践经验。本部分并未指出所有可能的安全问题。使用者有责任采取适当的安全和健康措施,并保证符合国家有关法规规定的条件。

1 范围

GB/T 17418 的本部分规定了地球化学样品中钨、钽的测定方法。

本部分适用于含铂族元素的超基性岩等地质物料中钨、钽的测定。测定范围,以质量分数表示:
1 ng/g~1 μg/g。

2 规范性引用文件

下列文件中的条款通过 GB/T 17418 的本部分的引用而成为本部分的条款。凡是注日期的引用文件,其随后所有的修改单(不包括勘误的内容)或修订版均不适用于本部分,然而,鼓励根据本部分达成协议各方研究是否可使用这些文件的最新版本。凡是不注日期的引用文件,其最新版本适用于本部分。

GB/T 17418.1 地球化学样品中贵金属分析方法 总则及一般规定

3 原理

试样经过氧化钠熔融,用硫酸酸化,加高锰酸钾作氧化剂,使钨和钽生成挥发性的四氧化物被蒸馏出来从而与伴生元素分离。采用盐酸-乙醇-硫酸溶液作钨、钽分离剂并还原吸收钨。当水蒸汽把第一吸收管中的溶液加热沸腾后,四氧化钽被蒸至第二吸收管中由三氧化二砷还原吸收。利用钨和钽对 Ce(IV)-As(III)体系的催化作用,分别进行钨、钽的分光光度测定。

经蒸馏分离之后,卤素影响测定的元素。加入硫酸汞可以消除。

采用固定时间法时,可测定含量<50 ng/g 钨或钽;采用固定浓度法时,可测定含量>50 ng/g 的钨、钽。

4 试剂

- 4.1 硫酸(ρ 1.84 g/mL)。
- 4.2 硫酸(1+1)。警告——不当的稀释易发生危险。
- 4.3 硫酸 $c(\text{H}_2\text{SO}_4)=1 \text{ mol/L}$ 。
- 4.4 盐酸(ρ 1.19 g/mL)。
- 4.5 乙醇。
- 4.6 氯化钠溶液 $w(\text{NaCl})=20\%$ 。
- 4.7 过氧化钠。
- 4.8 氢氧化钠。
- 4.9 三氧化二砷。
- 4.10 硫酸汞。
- 4.11 硫酸铈铵 $(\text{Ce}(\text{SO}_4)_2 \cdot 2(\text{NH}_4)_2\text{SO}_4 \cdot 4\text{H}_2\text{O})$ 。